

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## ● EPODOC / EPO

PN - DD 247574 A 00000000  
PD - 0000-00-00  
OPD - 0000-00-00

## ● WPI / DERWENT

TI - Bioactive calcium phospho-silicate ceramics - useful as bone substitutes e.g. as long term implant  
PR - DD 19830254974 19830920  
PN - DD 247574 A 19870715 DW 198748 004pp  
PA - (DEAK ) AKAD WISSENSCHAFTEN DDR  
IC - C03C 10/02  
IN - BERGER G; KOHLER S; KUNTH P O; MARX H; RETEMEYER K; SAUER R; SOLOW G; THIEME V  
AB - DD- 247574 Bioactive ceramic materials for use as bone substitutes are of the CaO/P 2O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> type with apatite and wollastonite crystal phases. They comprise 30-50 wt% CaO, 2-20 wt% P 2O<sub>5</sub>, 27-53 wt% SiO<sub>2</sub>, 4.7 wt% Na 2O, 0.2 wt% K 2O, 0.95 wt% MgO and 1-6 wt% CaF 2, with a CaO:P 2O<sub>5</sub> wt ratio of 2-20:1. The materials have a bending strength of 60-120 N/mm<sup>2</sup> (in air), a critical stress intensity factor of 1.8-2.6 MPa.m<sup>1/2</sup> and a hydrolytic stability corresp. to 1.4-2.6 ml of 0.1N HCl (TGL 14809). Their bioactivity, expressed as % contact area between bone and implant after implantation for 1 year, is at least 70%. They are biocompatible in the sense that they give detectable inflammation-free inter growth.  
- USE - The materials can be used as long-term implants in humans or animals, either alone or as composites with or coatings on other materials, e.g. metals or other ceramics.  
OPD - 1983-09-20  
AN - 1987-335302 [25]





## AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 03 C / 254 974 3

(22) 20.09.83

(45) 15.07.87

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, 1080 Berlin, Otto-Nuschke-Straße 22/23, DD

(72) Berger, Georg, Dr.-Ing.; Marx, Heidi; Kunth, Peter-Olaf; Sauer, Renate, Dipl.-Chem.; Solow, Gerhard; Köhler, Steffen, Dr. sc. med.; Retemeyer, Klaus, Dr. sc. med.; Thieme, Volker, Dr. sc. med.; Hofmann, Herbert, Dr. sc. med., DD

(54) Glaskeramisches bioaktives Material

(57) Erfindungsbetreff ist ein glaskeramisches bioaktives Material vom  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ -Typ mit Apatit- und Wollastonit-Kristallphase für den Knochenersatz. Erfindungsziel ist, bei glaskeramischem bioaktivem Material vom  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ -Typ mit Apatit- und Wollastonit-Kristallphase neben einer guten bruchmechanischen Eigenschaft auch eine verbesserte chemische Beständigkeit bei gleichzeitig hoher Bioaktivität zu erreichen. Erfindungsaufgabe ist die weitestgehende Minimierung des Anteils an Restglasphase im glaskeramischen bioaktiven Material durch Veränderung der chemischen Zusammensetzung und des dafür optimierten Keramisierungsprozesses bzw. die Erzeugung eines entsprechenden Gefüges, damit das Erfindungsziel erreicht wird. Das erfindungsgemäße glaskeramische bioaktive Material ist gekennzeichnet durch einen Gehalt (auf Oxidbasis und in Ma.-% berechnet) an 30 bis 50 CaO, 2 bis 20  $\text{P}_2\text{O}_5$ , 27 bis 53  $\text{SiO}_2$ , 4,7  $\text{Na}_2\text{O}$ , 0,2  $\text{K}_2\text{O}$  und 0,95  $\text{MgO}$  sowie 1 bis 6  $\text{CaF}_2$ , wobei das Masseverhältnis  $\text{CaO:P}_2\text{O}_5$  zwischen 2 und 20 beträgt. Das Herstellungsverfahren des glaskeramischen bioaktiven Materials ist der Erfindungsbeschreibung zu entnehmen.

# **Erfindungsanspruch:**

1. Glaskeramisches bioaktives Material vom  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ -Typ mit Apatit- und Wollastonit-Kristallphase, zum Knochenersatz, gekennzeichnet dadurch, daß es aus (auf Oxidbasis berechnet)

30 bis 50 Ma.-%  $\text{CaO}$   
2 bis 20 Ma.-%  $\text{P}_2\text{O}_5$   
27 bis 53 Ma.-%  $\text{SiO}_2$   
4,7 Ma.-%  $\text{Na}_2\text{O}$   
0,2 Ma.-%  $\text{K}_2\text{O}$   
und 0,95 Ma.-%  $\text{MgO}$   
sowie 1 bis 6 Ma.-%  $\text{CaF}_2$

besteht, wobei das Masseverhältnis  $\text{CaO:P}_2\text{O}_5$  zwischen 2 und 20 beträgt, und folgende Eigenschaftsparameter aufweist:

Bruchmechanische Eigenschaft:

Biegebruchfestigkeit ( $\sigma$ ) mit 60 bis 120  $\text{N/mm}^2$  (Luft) Kritischer Spannungsintensitätsfaktor ( $K_{IC}$ ) mit 1,8 bis 2,6  $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

Hydrolytische Beständigkeit:

1,4 bis 2,6 ml 0,1 n HCl

Bioaktivität (ausgedrückt durch die Größe der nach einjähriger Liegezeit vorhandenen Kontaktfläche zwischen Knochen und Implantat in %):

gleich oder größer 70%

Biokompatibilität: Nachweisbares entzündungsfreies Einwachsen

2. Verfahren zur Herstellung des glaskeramischen bioaktiven Materials nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß man ein Gemenge entsprechend der Zusammensetzung (auf Oxidbasis und in Ma.-% berechnet) nach Punkt 1 zu einem Glas erschmilzt,
  - das schmelzflüssige Glas verformt und das geformte Glas
  - einem Temperatur-Zeit-Programm
    - Aufheizen mit einer zwischen 1 und 10  $\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$  liegenden Geschwindigkeit auf eine zwischen 700°C und 850°C liegende Temperatur und Beibehalten dieser Temperatur zwischen 2 und 24 Stunden,
    - weiteres Aufheizen mit einer zwischen 1 und 10  $\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$  liegenden Geschwindigkeit auf eine zwischen 900°C und 1050°C liegenden Temperatur und Beibehalten dieser Temperatur zwischen 4 und 48 Stunden und
    - Abkühlen mit einer zwischen 5 und 15  $\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$  liegenden Geschwindigkeit auf Raumtemperatur unterwirft.

## **Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft glaskeramisches bioaktives Material von  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ -Typ mit Apatit- und Wollastonit-Kristallphase für den Knochenersatz. Dieses Material zeichnet sich durch erfindungsgemäß verbesserte bruchmechanische Eigenschaften und erhöhte chemische Beständigkeit gegen den Angriff von Körperflüssigkeit nach erfolgter Implantation sowie gleichzeitig erhöhte Bioaktivität, d.h. die Fähigkeit, mit dem Knochen im lebenden Organismus einen festen Verbund zu bilden, aus. Entsprechend seinen Eigenschaften ist das erfindungsgemäße Material vorzugsweise als Langzeitimplantat auf dem Gebiet des Hartgewebeersatzes im menschlichen und tierischen Organismus anwendbar und kann sowohl als ausschließlicher Bestandteil eines Implantatwerkstoffes, aber auch gemeinsam mit anderen Materialien, z. B. als Bestandteil eines Verbundmaterials oder als Beschichtungs- bzw. Überzugsmaterial auf einen metallischen oder keramischen Trägerwerkstoff eingesetzt werden.

## **Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Glaskeramische bioaktive Materialien für prothetische Zwecke sind an sich bekannt.

In der DE-AS 2.326.100 werden glaskeramische Materialien für prothetische Zwecke mit apatitischen Kristallphasen durch einen Bereich der chemischen Zusammensetzung in den Grenzen von (Ma.-%) 20–60  $\text{SiO}_2$ , 5–40  $\text{P}_2\text{O}_5$ , 2,7–20  $\text{Na}_2\text{O}$ , 0,4–20  $\text{K}_2\text{O}$ , 2,9–30  $\text{MgO}$ , 5–40  $\text{CaO}$  und 0,05–3 F gekennzeichnet, wobei der Zusatz von Fluoriden bzw. Fluorionen abgebenden Verbindungen erfindungsgemäß zu einer vorteilhaften Ausbildung des Rekristallisationsprozesses, insbesondere hinsichtlich einer verbesserten Keimbildungsneigung, führt.

In der DE-AS 2.349.859 werden glaskeramische Materialien mit apatitischer Kristallphase innerhalb des in der DE-AS 2.326.100 beanspruchten Bereiches der chemischen Zusammensetzung durch einen zusätzlichen Ionenaustauschprozeß in der oberflächennahen Schicht des Materials mit verbesserten mechanischen Eigenschaften (Festigkeitsverhalten) erhalten.

Die DE-OS 2.606.540 beschreibt biologisch verträgliche Glaskeramiken für die Implantation mit apatitischer Kristallphase unter Zusatz von Fluoriden und seltenen Erdoxiden (Yttrium- bzw. Lanthanoxide), wobei bis zu drei mit dem natürlichen Hydroxylapatit isomorphe Kristallphasen, z. B. vom Typ fluorierter lanthanhaltiger Apatite, gebildet werden. Dem Zusatz der seltenen Erdoxide wird dabei eine die Bioverträglichkeit vorteilhaft beeinflussende Wirkung zugeschrieben.

Diese vorstehend genannten glaskeramischen bioaktiven Materialien berücksichtigen lediglich einen Stand der Technik, der ausschließlich auf apatitische Kristallphasen orientiert ist und noch nicht die bei Koexistenz von Apatit- und Wollastonitphasen gegebenen Möglichkeiten einer Festigkeitssteigerung glaskeramischer Materialien ausschöpft.

Schließlich wird in der japanischen Patentanmeldung 076696/1981 vom 22.5.1981 ein durch Sinterung und nachfolgende Kristallisation hergestelltes Implantatmaterial beansprucht, welches kristalline Phasen vom Typ des Hydroxylapatits zur biologischen Ankopplung und des Wollastonits zur Festigkeitssteigerung enthält und in Ma.-% aus 42 bis 53 CaO, 22 bis 41 SiO<sub>2</sub>, 10 bis 27 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 1 bis 7 MgO sowie kleiner 10 Li-, Na-, K-, Sr-, B-, Al-, Ti-, Zr-, Nb- und Ta-oxide sowie CaF<sub>2</sub> besteht. Diese vorgeschlagene Lösung besitzt den Nachteil, daß mit diesem Material nur brechmechanische Eigenschaften erzielt werden, die lediglich eine geringfügige Verbesserung gegenüber den Werten der Ausgangsgläser darstellen (Vergl. KOKUBO et al., Vortrag, Int. Cong. Glass., Hamburg, BRD, 1983). Als Ursache hierfür könnte der erhöhte MgO-Anteil angesehen werden, da entweder die Restglasphase den MgO-Anteil aufnehmen muß oder aber — muß oder aber — was in dem Fall eines hohen MgO-Gehaltes wahrscheinlicher ist — es treten weitere MgO-haltige Kristallphasen hinzu. Darüber hinaus ist bekannt, daß eine mit hohen MgO-Gehalten in Verbindung stehende erhöhte Freisetzung von Mg<sup>2+</sup>-Ionen aus dem Implantatmaterial sich negativ auf den Mineralisationsprozeß des neugebildeten Knochens auswirkt.

Bei den glaskeramischen bzw. sinterkeramischen bioaktiven Materialien des Standes der Technik sind, neben einer großen mechanischen Festigkeit, die chemische Beständigkeit und gleichzeitig die Bioaktivität, die insbesondere für den Langzeiteinsatz eines Implantatmaterials von ausschlaggebender Bedeutung sind, nicht in gleichmäßig hohem Maße ausgeprägt; die chemische Beständigkeit und die Bioaktivität sind in aller Regel durch einen reziproken Verlauf gekennzeichnet, d.h. Materialien mit hoher Bioaktivität besitzen im allgemeinen nur eine geringe chemische Beständigkeit.

### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, bei glaskeramischen bioaktivem Material vom CaO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SiO<sub>2</sub>-Typ mit Apatit- und Wollastonit-Kristallphase, zum Knochenersatz neben einer hohen mechanischen Festigkeit auch eine verbesserte Beständigkeit gegen den Angriff von Körperflüssigkeit nach erfolgter Implantation bei gleichzeitiger hoher Bioaktivität zu erreichen.

### Die technische Aufgabe, die durch die Erfindung gelöst wird

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die chemische Zusammensetzung und den Keramisierungsprozeß von glaskeramischen bioaktivem Material von CaO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SiO<sub>2</sub>-Typ mit Apatit- und Wollastonit-Kristallphase zum Hartgewebeersatz so zu verändern, daß der Anteil an Restglasphase in diesem Material weitestgehend minimiert wird und ein die bruchmechanischen Eigenschaften verbesserndes Gefüge erhalten wird.

### Merkmale der Erfindung

Es wurde ein glaskeramisches bioaktives Material vom CaO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SiO<sub>2</sub>-Typ mit Apatit- und Wollastonit-Kristallphase zum Knochenersatz gefunden, bei dem der Anteil an Restglasphase weitestgehend minimiert ist. Dieses Material ist dadurch gekennzeichnet, daß es aus (auf Oxidbasis berechnet)

30 bis 50 Ma.-% CaO,  
2 bis 20 Ma.-% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>,  
27 bis 53 Ma.-% SiO<sub>2</sub>,  
4,7 Ma.-% Na<sub>2</sub>O,  
0,2 Ma.-% K<sub>2</sub>O  
und 0,95 Ma.-% MgO

besteht, wobei das Masseverhältnis CaO:P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> zwischen 2 und 20 beträgt und folgende Eigenschaftsparameter aufweist:

Bruchmechanische Eigenschaften:  
Biegebruchfestigkeit ( $\sigma$ ) mit 60 bis 120 N/mm<sup>2</sup> (Luft) Kritischer Spannungsintensitätsfaktor ( $K_{Ic}$ ) mit 1,8 bis 2,6 MPa · m<sup>1/2</sup>  
Hydrolytische Beständigkeit (gemäß Standard TGL 14809):

1,4 bis 2,6 ml 0,01 n HCl

Bioaktivität (ausgedrückt durch die Größe der nach einjähriger Liegezeit vorhandenen Kontaktfläche zwischen Knochen und Implantat in %):

bis 80 %

Biokompatibilität: Nachweisbares entzündungsfreies Einwachsen

Untersuchungen zur Biokompatibilität „in-vitro“, die Art und Umfang von Zellschädigungen unter Verwendung von Zellkulturen ermitteln, wurden nach einer in der Zeitschrift Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde 68 (1980) H. 1, S. 14–19, beschriebene Methode durchgeführt. Aussagen zur Biokompatibilität der untersuchten glaskristallinen Materialien unter „in vivo“-Bedingungen wurden auf der Grundlage ihres entzündungsfreien Einheilens in verschiedenen Versuchstierarten erhalten. Die Bioaktivität der aus den erfindungsgemäßen Materialien gefertigten Implantate wurde nach einer Liegedauer von ca. 12 bis 52 Wochen (im Tierversuch) an der Grenzfläche des Knochens zum Implantat mit Hilfe der Elektronenstrahlmikroanalyse (ESMA) untersucht; die Methode ist in der Zeitschrift Zahn-Mund- und Kieferheilkunde 69 (1981) H. 1, S. 4–11, beschrieben.

Es wurde auch ein Verfahren zur Herstellung dieses glaskeramischen bioaktiven Materials gefunden, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man ein Gemenge entsprechend der vorgenannten Materialzusammensetzung (auf Oxidbasis und in Ma.-% berechnet) zu einem Glas erschmilzt,

— das schmelzflüssige Glas verformt und das geformte Glas

— einem Temperatur-Zeit-Programm

Aufheizen mit einer zwischen 1 und 10 K · min<sup>-1</sup> liegenden Geschwindigkeit auf eine zwischen 700°C und 850°C liegende Temperatur und Beibehalten dieser Temperatur zwischen 2 und 24 Stunden,

weiteres Aufheizen mit einer zwischen 1 und 10 K · min<sup>-1</sup> liegenden Geschwindigkeit auf eine zwischen 900°C und 1050°C

liegenden Temperatur und Beibehalten dieser Temperatur zwischen 4 und 48 Stunden und Abkühlen mit einer zwischen 5 und  $15\text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$  liegenden Geschwindigkeit auf Raumtemperatur unterwirft.

Durch dieses erfindungsgemäße Handeln wird ein Gefügeaufbau im glaskeramischen Formkörper erzielt, der die bruchmechanischen Eigenschaften gegenüber bekannten Werten bioaktiver anorganischer nichtmetallischer Materialien deutlich verbessert.

Es ist ein wesentliches Merkmal der Erfindung, daß eine erhöhte chemische Beständigkeit des glaskeramischen Materials gegen den Angriff von Körperflüssigkeit nach erfolgter Implantation bei gleichzeitiger Beibehaltung eines hohen Niveaus der Bioaktivität und -kompatibilität durch Maßnahmen erreicht wurde, die auf eine weitestgehende Minimierung des nach dem Keramisierungsprozeß noch vorhandenen Anteils an Restglasphase und auf die Ausbildung eines die bruchmechanischen Eigenschaften günstig beeinflussenden besonderen Gefügeaufbaus gerichtet sind. Auf die Ausbildung der Gefügeeigenschaften haben bekanntlich gerade die Nebenbestandteile einen erheblichen Einfluß, so daß deren Verwendung für spezielle Zwecke zumeist nur in einem eng vorgegebenen Zusammensetzungsbereich möglich ist. Es wurde ferner gefunden, daß die Widerstandsfähigkeit Apatit- und Wollastonit-Kristallphasen enthaltender glaskeramischer Materialien gegen die Einwirkung natürlicher und simulierter Körperflüssigkeit (Ringer-Lösung) generell um so stärker abnimmt, je größer der Mengenanteil an (nicht kristallisationsfähiger) Restglasphase in diesem Material wird.

Durch die erfindungsgemäße chemische Zusammensetzung für die verwendeten Grundgläser in Verbindung mit dem erfindungsgemäßen Temperatur-Zeit-Programm für den Keramisierungsprozeß erfolgte eine gezielte Einflußnahme auf die Minimierung der nach dem Keramisierungsprozeß verbleibenden Restglasphase.

Eine weitere Maßnahme zur Minimierung der nach erfolgter Keramisierung im glaskeramischen Material verbleibenden Restglasphase besteht erfindungsgemäß in der Minimierung derjenigen Komponenten der Grundglaszusammensetzung in ihren Mengenanteilen, die nicht als kristalline Bestandteile in die Apatit- bzw. Wollastonitphase eingehen. Bevorzugt handelt es sich dabei um die Alkalien  $\text{K}_2\text{O}$  und  $\text{Na}_2\text{O}$  sowie insbesondere um die Komponente  $\text{MgO}$ , deren Funktion in der Erweiterung des Glasbildungsbereiches im Dreistoffsystem  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$  sowie in der viskositätsabsenkenden Wirkung auf die Grundglaszusammensetzungen dieses Systems besteht. Im Gegensatz zu der japanischen Patentanmeldung 076696/1981, welche für die Komponente  $\text{MgO}$  Mengenanteile zwischen 1 und 7 Ma.-% beansprucht, wurde überraschenderweise gefunden, daß ein Mengenanteil von 0,95 Ma.-%  $\text{MgO}$  in Verbindung mit den angegebenen geringen Gehalten an  $\text{Na}_2\text{O}$  und  $\text{K}_2\text{O}$  für die technologisch stabile Herstellung der Grundglaszusammensetzungen des erfindungsgemäßen glaskristallinen Materials genügen und ferner einen speziellen Gefügeaufbau ermöglichen. Weiterhin wurden die in der vorstehend genannten japanischen Patentanmeldung in Mengenanteilen bis zu 10 Ma.-% beanspruchten Oxide des Sr, B, Nb, Ta, Al, Ti überhaupt nicht berücksichtigt unter dem Gesichtspunkt, daß sie nicht als Bestandteile der Apatit- und Wollastonitphase zu betrachten sind. Es war ein Anliegen der Erfindung, entweder nur kristalline Bestandteile der genannten Kristallphasen zu vereinen oder aber die Restglasphase der Beständigkeit dieser beiden Kristallphasen anzugleichen.

Es wurde gefunden, daß diese Forderung im erfindungsgemäßen Glasbildungsgebiet besonders dann erfüllt wird, wenn die Zusammensetzungen im Dreikomponentensystem  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$  nahe der gedachten Verbindungslinie zwischen  $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$  und  $\text{Ca}(\text{PO}_4)_2$  liegen. Entfernt man sich von dieser Verbindungslinie, tritt eine Verschlechterung der hydrolytischen Beständigkeit ein.

#### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird durch folgendes Ausführungsbeispiel noch näher erläutert, wobei die Erfindung aber nicht auf dieses Beispiel beschränkt ist.

#### Beispiel:

Es wird, entsprechend der Zusammensetzung (in Ma.-%)  $32,5\text{CaO}$ ;  $11,4\text{P}_2\text{O}_5$ ;  $45,15\text{SiO}_2$ ;  $4,7\text{Na}_2\text{O}$ ;  $0,2\text{K}_2\text{O}$ ;  $0,95\text{MgO}$  und  $5,1\text{CaF}_2$ , eine Schmelzgemenge aus folgenden Bestandteilen hergestellt:

- 24,9g Tricalciumphosphat, p. a., 2h bei  $1300^\circ\text{C}$  geglüht
- 33,9g Calciumcarbonat, schwer, p. a., zur Silikatanalyse
- 45,15g Quarzsand (Werferlinger Quarzsand, gemahlen, optische Qualität)
- 8,0g Natriumcarbonat, wasserfrei, p. a.
- 0,3g Kaliumcarbonat, p. a.
- 0,95g Magnesiumoxid, p. a., 2h bei  $1300^\circ\text{C}$  geglüht
- 5,0g Calciumfluorid, p. a.

Das homogenisierte Gemenge wird in einem Platintiegel bei  $1550^\circ\text{C}$  6h geschmolzen, und die Schmelze zu Platten  $6 \times 60 \times 120\text{ mm}$  vergossen und gepreßt. Die Platten werden bei  $700^\circ\text{C}$  in einen Kühllofen gelegt, in dem sie auf Raumtemperatur als Glas abkühlen. Die glasigen Platten werden mit der Diamantsäge zu Stäben  $6 \times 6 \times 60\text{ mm}$  geschnitten und sodann keramisiert, indem sie folgendem Wärmebehandlungsprogramm unterworfen werden:

- Aufheizen mit  $2\text{ K/min}$  bis  $720^\circ\text{C}$
- Halten bei  $720^\circ\text{C}$  für 24h
- Aufheizen mit  $2\text{ K/min}$  bis  $920^\circ\text{C}$
- Halten bei  $920^\circ\text{C}$  für 24h
- Abkühlen im Ofen bis Raumtemperatur

Zur exakten Dimensionierung werden die Stäbe schließlich noch auf der Naßschleifscheibe, zuletzt mit der  $\text{SiC}$ -Körnung F28 ( $20\text{--}28\mu\text{m}$ ; TGL 29-804) nachgeschliffen, bevor an ihnen nach der Dreipunktmethode die Biegebruchfestigkeit gemessen wird. Der gemessene Wert beträgt  $105\text{ N} \cdot \text{mm}^{-2}$ . Der  $K_{\text{IC}}$ -Wert wurde zu  $2,52\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  bestimmt. Die Wasserbeständigkeit dieses Vitrokerams liegt in der WBK 5 ( $2,6\text{ ml } 0,01\text{ n HCl}$ ). Das Material enthält Phasen vom Apatit- und Wollastonit-Typ und ist auf Grund von in-vitro- und in-vivo-Versuchen als biokompatibel einzustufen. Haftvermittlungsuntersuchungen zeigen nach 10 Wochen Werte wie sie an spongiösen Knochen gemessen werden ( $6,5$  bis  $7,0\text{ N} \cdot \text{mm}^{-2}$ ). Der Knochenkontakt nach einjähriger Liegezeit betrug bis 80%.